



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **05156164 A**(43) Date of publication of application: **22.06.93**

(51) Int. Cl

C08L 83/04
C08J 3/20
C08K 3/24
C08K 5/09
C08K 5/54
C09K 3/18
D06M 15/643
// C08L 83:04

(21) Application number: **03320494**(22) Date of filing: **04.12.91**(71) Applicant: **SUMITOMO SEIKA CHEM CO LTD**

(72) Inventor: **YAMADA KOSAKU**
OSADA MANABU
TAKEMORI SHINICHI
HASHIMOTO NAOYUKI

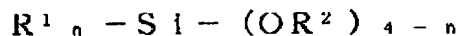
(54) **WATER ABSORPTION INHIBITOR AND METHOD
 FOR PREVENTING WATER ABSORPTION USING
 THE SAME**

(57) Abstract:

PURPOSE: To prepare the subject inhibition excellent in water repellency and impregnation into a porous material by compounding a specific silane and/or its oligomer, a specific organopolysiloxane, a specific acid, and a surfactant each in a specified amt.

CONSTITUTION: 100 pts.wt. hydrolyzable silane (e.g. hexyltrimethoxysilane) and/or its hydrolyzable oligomer, 10-200 pts.wt. organopolysiloxane having a basic N atom [e.g. a reactional product of polymethylhydrosiloxane with N-(2- aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane], 2-50 pts.wt. water-sol. acid which forms a salt with the organopolysiloxane, and 1-15 pts.wt. surfactant (e.g. a nonionic surfactant) are compounded.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio



(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 83/04	L R U	8319-4 J		
C 0 8 J 3/20	C F H A	9268-4 F		
C 0 8 K 3/24				
5/09				
D 0 6 M 15/ 643				
審査請求 未請求 請求項の数 8 (全 10 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号	特願平3-320494	(71)出願人	000195661 住友精化株式会社 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の 1
(22)出願日	平成 3 年(1991)12月 4 日	(72)発明者	山田 耕作 大阪府中央区北浜 4 丁目 7 番28号 住友精 化株式会社大阪本社内
		(72)発明者	長田 学 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精 化株式会社第 2 研究所内
		(72)発明者	竹森 信一 兵庫県姫路市飾磨区入船町 1 番地 住友精 化株式会社第 2 研究所内
		(74)代理人	弁理士 蔦田 璋子 (外 2 名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 吸水防止剤組成物およびそれを用いる吸水防止方法

(57)【要約】

【構成】 (A) 加水分解可能なシラン及び／又は前記シランの加水分解可能なオリゴマー 1 0 0 重量部、

(B) 塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン 1 0 ～ 2 0 0 重量部、 (C) 前記 (B) と塩を形成する水に可溶な酸 2 ～ 5 0 重量部、並びに (D) 界面活性剤 1 ～ 1 5 重量部からなる吸水防止剤組成物。

【効果】 本発明の吸水防止剤組成物は、水で希釈する際に架橋反応が適度に制御され、水系エマルジョン状態での保存安定性に優れており、多孔性材料への含浸性にも優れている。本発明の吸水防止剤組成物を水で希釈して、多孔性材料に塗布して含浸させ、乾燥すると、材料の表面に塗り斑が生じないで、優れた撥水効果（吸水防止効果）を発揮する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 加水分解可能なシラン及び／又は前記シランの加水分解可能なオリゴマー100重量部、

(B) 塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン10～200重量部、(C) 前記(B)と塩を形成する水に可溶な酸2～50重量部、並びに(D) 界面活性剤1～15重量部からなる吸水防止剤組成物。

【請求項2】 加水分解可能なシランが、下記一般式

(I) で表わされる化合物である請求項1記載の組成物 *
 (式(3) $R^3 \cdot X \cdot (R^4)_Y \cdot (OR^5)_Z \cdot Si \cdot O_{\frac{4-X-Y-Z}{2}}$ (I I)

(式中、 R^3 は同じか又は異なり、水素又は $C_1 \sim C_8$ の飽和アルキル基であり、 R^4 は同じか又は異なり、非置換アミノアルキル基又は置換アミノアルキル基であり、 R^5 は同じか又は異なり、水素又は $C_1 \sim C_6$ の飽和アルキル基であり、Xは0～3、Yは0～1、Zは0～3であり、X、Y、Zの平均値の和が3.4以下である。)

【請求項4】 塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサンが、水素変性ポリシロキサンとアミノ基を有するアルコキシシランとの反応生成物である請求項1～3のいずれか1項に記載の組成物。 20

【請求項5】 水に可溶な酸が、塩酸、硫酸、酢酸及びプロピオン酸からなる群より選ばれた少なくとも1種である請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項6】 界面活性剤が、ノニオン系界面活性剤及び／又はカチオン系界面活性剤である請求項1～5のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項7】 ノニオン系界面活性剤のHLBが3～20である請求項6記載の組成物。 30

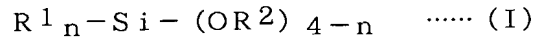
【請求項8】 請求項1～7のいずれか1項に記載の組成物を水で希釈し、多孔性材料に塗布して含浸させ、乾燥することを特徴とする吸水防止方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、吸水防止剤組成物およびそれを多孔性材料に適用して該材料の吸水を防止する方法に関する。多孔性材料としては、例えば多孔性土木建築材料があり、更に詳しくは、打放しコンクリート、軽量コンクリート、プレキャストコンクリート、軽量発泡コンクリート(ALC)、モルタル、目地モルタル、石綿セメント板、パルプセメント板、木毛セメント板、ガラス繊維入りセメント板(GRC)、カーボン繊維入りセメント板、珪酸カルシウム板、石膏ボード、ハードボード、しっくい、石膏プラスター、ドロマイトプラスター、ブロック、レンガ、タイル、瓦、天然石、人工石、ガラスウール、ロックウール、セラミックファイバーなど無機質材料を主成分とする材料、および木材、合板、パーティクルボードなど有機質材料を主成分とする材 50

*物。



(式中、 R^1 は $C_1 \sim C_{18}$ の飽和アルキル基、アリール基又はアラルキル基、 R^2 は $C_1 \sim C_6$ の飽和アルキル基、nは1又は2である。)

【請求項3】 塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサンが、下記一般式(I I)で表わされる単位からなる請求項1又は2記載の組成物。

【化1】

料が挙げられる。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】 従来より、多孔性土木建築材料に吸水防止性を付与する方法として、シリコン系、アクリル系、ウレタン系、エステル系、油脂系の樹脂あるいはモノマーを溶解したものを材料に塗布・含浸させ、乾燥(重合)する方法が知られている。中でも、特にシリコン系のものが使用されることが多い。

【0003】 シリコン系の吸水防止剤としては、溶剤型のもものと水型のもものが知られているが、現在では溶剤型のもものが主流を占めている。水型の吸水防止剤としてはアルキルシリコネート系のものが古くより使われているが、吸水防止性能は溶剤型に比べて十分ではなく、又、アルカリ性が強く、取扱い上の安全性の面で問題がある。

【0004】 しかしながら、溶剤型についても、火災・爆発や中毒の危険性の面で問題があり、地球環境の保護や資源の活用 の面からも、溶剤を使用しない水型であって良好な性能を有する吸水防止剤の開発が強く望まれている。

【0005】 最近、水型の吸水防止剤として、特開昭61-162553号公報には、水で希釈する際に透明な混合物を生ぜしめる組成物が示されている。しかし、この組成物は水で希釈すると、重合(架橋)反応が早く進み、保存安定性が悪く、希釈後1日以内に使用してしまふ必要があり、実使用に耐えない。また、重合(架橋)反応が早い ため、分子量が大きくなり、材料への含浸性が悪くなり、ひいては材料表面に濡れ斑を発生するという欠点がある。

【0006】 更に、特開平1-292089号公報には、アルキルアルコキシシランを水中乳化させた長期安定なエマルジョンが示されているが、このエマルジョンには加水分解反応の非常に遅いシラン化合物が使用されているため、材料へ塗布した場合、含浸性は良いものの、材料表面でシランの揮散が起こり、表面撥水性がなくなり、水濡れ、汚れの付着、凍害によるポップアップなどが生じ、耐久性の面で欠点がある。

【0007】本発明の課題は、従来公知の水型の吸水防止剤の欠点を解消し、水で希釈する際に適度に反応が制御され、多孔性材料への含浸性に優れた組成物であって、塗布・含浸させて乾燥した後に、表面に塗り斑が発生せず、優れた撥水効果を発揮する吸水防止剤組成物、およびそれを用いる吸水防止方法を提供する処にある。

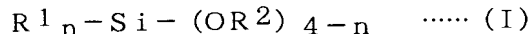
【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の吸水防止剤組成物は、(A)加水分解可能なシラン及び／又は前記シランの加水分解可能なオリゴマー100重量部、(B)塩基性窒素有するオルガノポリシロキサン10～200重量部、(C)前記(B)と塩を形成する水に可溶な酸2～50重量部、並びに(D)界面活性剤1～15重量部からなる。

【0009】本発明に使用される(A)成分は、分子量約600まで(あるいはオリゴマーの場合は基本的にその倍数)の加水分解可能なシラン及び／又は前記シランの加水分解可能なオリゴマーである。

【0010】この加水分解可能なシランは、下記一般式(I)で表わされる化合物である。

【0011】



式中、 R^1 は $C_1 \sim C_{18}$ の飽和アルキル基、アリール基又はアラルキル基である。 R^2 は $C_1 \sim C_6$ の飽和アルキル基で、特に有用なのはメチル基、エチル基、プロピル基である。 n は1又は2であればよい。

【0012】このような加水分解可能なシランの具体例としては、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエト*

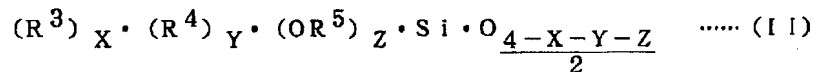
*キシシラン、メチルトリプロポキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、エチルトリプロポキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、ブチルトリエトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、ヘキシルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ベンジルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、オクチルトリプロポキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラン、オクタデシルトリメトキシシラン、テトラデシルトリメトキシシラン、テトラデシルトリエトキシシラン、ヘキサデシルトリメトキシシラン、ヘキサデシルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ジブチルジメトキシシラン等が挙げられる。

【0013】また、当該技術分野において周知であるように、上記シランの縮合二量体および三量体あるいはその他のオリゴマーを用いることができる。所望により、各種シランの混合物を使用してもよいし、混合シランのコオリゴマーであってもよい。

【0014】本発明において(B)成分として使用される塩基性窒素有するオルガノポリシロキサンは、下記一般式(II)で表わされる単位からなる化合物である。

【0015】

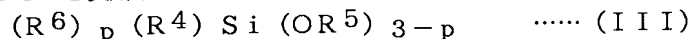
【化2】



【0016】(式中、 R^3 は同じか又は異なり、水素又は $C_1 \sim C_8$ の飽和アルキル基であり、 R^4 は同じか又は異なり、非置換アミノアルキル基又は置換アミノアルキル基であり、 R^5 は同じか又は異なり、水素又は $C_1 \sim C_6$ の飽和アルキル基であり、 X は0～3好ましくは0～2、 Y は0～1好ましくは0、1～0、6、 Z は0～3好ましくは0～0、8、 X 、 Y 、 Z のそれぞれの平均値の和が3、4以下である。)

【0017】この塩基性窒素有するオルガノポリシロキサンは、 $H-Si$ 結合を有する水素変性ポリシロキサンとアミノ基を有するアルコキシシランとを、混合、加熱して反応させることにより製造することができる。

【0018】 $H-Si$ 結合を有する水素変性ポリシロキサンは、一般に市販されているものを使用することが*



(式中、 R^4 および R^5 はそれぞれ前述したのと同じ、 R^6 は $C_1 \sim C_8$ の飽和アルキル基、 p は0又は1である。)

【0021】 R^4 の具体例としては、 $H_2N(CH_2)$ 50

※き、その具体例としては、末端水素ポリジメチルシロキサン(チッソ(株)のPS-557)、トリメチルシロキシ基により末端封鎖されたポリメチルハイドロシロキサン(チッソ(株)のPS-118)、ポリメチル水素-ジメチルシロキサンコポリマー(チッソ(株)のPS-122、5)、ポリメチル水素-メチルオクチルシロキサンコポリマー(チッソ(株)のPS-125)、ポリエチル水素シロキサン(チッソ(株)のPS-128)などが挙げられる。

【0019】また、アミノ基を有するアルコキシシランとしては、下記一般式(III)で表わされる化合物が好ましい。

【0020】

2-、 $H_2N(CH_2)3-$ 、 $CH_3 \cdot NH(CH_2)3-$ 、 $CH_3 \cdot NH(CH_2)5-$ 、 $NH_2 \cdot (CH_2)_2NH(CH_2)3-$ 、 $C_4H_9 \cdot NH(CH_2)_2 \cdot NH \cdot (CH_2)3-$ などが挙げられる。

【0022】アミノ基を有するアルコキシシランの具体例としては、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン等が一般に市販されており、好適に用いられる。

【0023】(B)成分である塩基性窒素有するオルガノポリシロキサンは、後述する水溶性の酸(C)と塩を形成することにより、親水性が向上され、加水分解可能なシラン及び／又は前記シランの加水分解可能なオリゴマーを乳化させる働きがあるばかりでなく、加水分解反応を促進する効果がある。又、アミノ基を有する場合には、多孔性材料との接着性が更に向上し、吸水防止性能の耐久性が良くなる。

【0024】この塩基性窒素有するオルガノポリシロキサンの使用量は、(A)成分100重量部に対し、100~200重量部、好ましくは20~100重量部である。使用量が10重量部未満だと乳化がうまく行なえず、200重量部を超えると含浸性が悪くなる。

【0025】本発明に使用される(C)成分の水に可溶な酸としては、塩酸、硫酸、酢酸、プロピオン酸などから選ばれる少なくとも1種の酸が用いられるが、中でも、酢酸、プロピオン酸が有利である。この水に可溶な酸の使用量は、(A)成分100重量部に対し、2~50重量部、好ましくは5~40重量部である。また、塩基性窒素有するオルガノポリシロキサン(B)に対する水可溶性の酸(C)の使用比(C/B、重量比)は、0.01~5、好ましくは0.05~2である。

【0026】本発明の(D)成分である界面活性剤は、一般に乳化作用のある事が知られているが、この界面活性剤の添加により、乳化作用のみならず、詳細な理由については明らかでないが、加水分解反応の制御が可能となり、エマルジョンの寿命が非常に長期化される。また、多孔性材料への含浸性を更に一段と高め、内部に深く含浸し、性能の向上が図れる。特に、表面の塗り斑の予防に効果があり、撥水性の発現も速く、良好な効果が得られる。

【0027】界面活性剤は、一般に、ノニオン系、カチオン系、アニオン系に分類されるが、本発明ではノニオン系のものが好適に用いられる。ノニオン系界面活性剤としては、エーテル型、アルキルフェノール型、エステル型、ソルビタンエステル型、ソルビタンエステルエーテル型、アセチレン型、シリコーン型のものが一般に知られているが、中でもエーテル型、アルキルフェノール型、エステル型、ソルビタンエステルエーテル型、アセチレン型、シリコーン型のものが好ましい。

【0028】特に効果のあるノニオン系界面活性剤とし

ては、エーテル型の場合、HLBが5~17のものが好ましく用いられる。例えば、ポリオキシエチレンラウリルエーテルが挙げられ、具体的には、ノニオンK-204 (HLB: 9.2、日本油脂製)、エマレックス703 (HLB: 6.0、日本エマルジョン製)、エマルゲン104P (HLB: 9.6、花王製)、エマルゲン108 (HLB: 12.1、花王製)、ノニオンK-220 (HLB: 16.2、日本油脂製)等が示される。

【0029】アルキルフェノール型としてはHLBが9~16のものが好ましく用いられ、例えば、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル(ノニオンNS-215、HLB: 15、日本油脂製)、ポリオキシエチレンオクチルフェノールエーテル(ノニオンHS-204、HLB: 9.8、日本油脂製)(ノニオンHS-206、HLB: 11.2、日本油脂製)(ノニオンHS-208、HLB: 12.6、日本油脂製)(ノニオンHS-215、HLB: 15、日本油脂製)等が挙げられる。

【0030】エステル型としてはポリオキシエチレンモノオレエート(ノニオンO-6、HLB: 13.5、日本油脂製)等が挙げられる。

【0031】ソルビタンエステルエーテル型としてはHLBが14~17のものが好ましく用いられ、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート(ノニオンLT-221、HLB: 16.7、日本油脂製)、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート(ノニオンST-221、HLB: 14.9、日本油脂製)等が挙げられる。

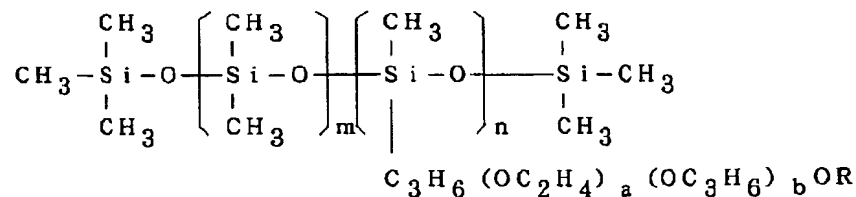
【0032】アセチレン型としてはHLBが3~17のものが好ましく用いられ、2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ポリオキシエチレンジオール(サーフィノール440、HLB: 5~7、エアプロダクツ・アンド・ケミカルズ製)(サーフィノール465、HLB: 13~14、エアプロダクツ・アンド・ケミカルズ製)(サーフィノール485、HLB: 14~17、エアプロダクツ・アンド・ケミカルズ製)、2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール(サーフィノール104、HLB: 3~5、エアプロダクツ・アンド・ケミカルズ製)(サーフィノール82、HLB: 5~7、エアプロダクツ・アンド・ケミカルズ製)等が挙げられる。

【0033】シリコーン型としては、下記一般式で表わされるジメチルシロキサン変性物が挙げられ、

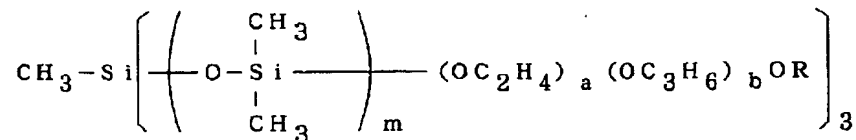
【0034】

【化3】

側鎖変性型



末端変性型



R: アルキル基またはH

【0035】その具体例としては、シルウェットL-7 7 (HLB: 10、日本ユニカ製)、シルウェットL-7602 (HLB: 8、日本ユニカ製)、シルウェットL-7604 (HLB: 13、日本ユニカ製)、シルウェットFZ-2161 (HLB: 20、日本ユニカ製)、シルウェットFZ-2163 (HLB: 13、日本ユニカ製) 等が挙げられ、HLBが8~20のものが好ましい。

【0036】また、ノニオン系界面活性剤の他に、例えば、ポリオキシエチレンジオレイルアミン(カチオン2-OL-205、日本油脂製)、ドデシルトリメチルアンモニウムクロライド(カチオンS2-100、日本油脂製)、ポリオキシエチレンアルキルアミン(ナイミンT₂-210、日本油脂製)等の四級アンモニウム塩型やアミン塩型のカチオン系界面活性剤も使用することができる。

【0037】以上の界面活性剤は、1種単独で使用してもよく、2種以上混合して使用してもよい。

【0038】なお、界面活性剤は、前述の(A)、(B)、(C)成分と均一に混り合うことが好ましく、また、水で希釈する際に相分離を起こさないものを選択する必要がある。

【0039】界面活性剤の添加量は、(A)成分100重量部に対し、1~15重量部、好ましくは2~13重量部である。界面活性剤の添加量が少ないと、水で希釈する際に、加水分解反応の制御が充分にできず、多孔性材料への含浸性が悪くなり、材料表面に塗り斑が発生する。逆に、多すぎる場合には、材料に塗布し、乾燥した後に、材料表面の撥水性が悪くなる欠点がある。

【0040】(A)、(B)、(C)、(D)成分の他に、水で希釈する際の乳化助剤として、少量の溶剤、例

えばヘキシルアルコール、オクチルアルコールなどを添加しても良い。

【0041】本発明の吸水防止剤組成物は、水にて1~25重量%、好ましくは3~15重量%に希釈して使用される。希釈しすぎると、吸水防止剤本来の性能が発揮されないだけでなく、多量に塗布しなければならないので乾燥に時間を要し、好ましくない。また、25重量%以上の場合には、希釈が充分に行なわれず、相分離を起こす恐れがあり、粘性も高く、材料への含浸性が悪くなり、塗り斑が発生する。

【0042】本発明の組成物を水で希釈する際には、防腐剤、防カビ剤、防蟻剤、あるいはCMC、PVA、水溶性アクリル樹脂、SBRラテックス、コロイダルシリカなどを副次的に添加しても良い。

【0043】本発明の組成物の水希釈液を多孔性材料に塗布するには、ローラー、刷毛、スプレー等を用い、場合によっては、浸漬法によっても良い。また、乾燥方法としては、室温下に放置しても良いし、天日乾燥、加熱乾燥によっても良い。

【0044】このようにして材料に含浸された本発明の組成物は、加水分解反応、縮合反応により、強固にかつ優れた撥水層または吸水防止層を形成する。

【0045】本発明の組成物は、雨水の漏水、酸性雨による材料の劣化、汚れのしみ込み、海水による塩害、寒冷地における凍害、材料中の塩の溶出による白華など、水に起因する種々の問題点の解決に役立つばかりでなく、種々の塗料や仕上材の下地防水プライマーとしても優れている。

【0046】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

【0047】合成例1 (塩基性窒素を有するオルガノボ

リシロキサンの合成)

ポリメチルヒドロシロキサン (PS-118、チッソ (株) 製、分子量360~420) 399gと、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン (S320、チッソ (株) 製) 165gを混合し、140℃で6hr加熱し、アミノ基を含有するオルガノポリシロキサン (N含量3.7%)を得た。

【0048】実施例1

ヘキシルトリメトキシシラン (KBM-3063、信越化学工業 (株) 製、以下同様) 100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン (合成例1で得たもの、以下同様) 50重量部、酢酸7.93重量部、及びノニオン系界面活性剤 (ノニオンK-204、HLB9.2、日本油脂 (株) 製) 7.80重量部を混合し、90℃で3時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0049】実施例2

デシルトリメトキシシラン (KBM-3103C、信越化学工業 (株) 製、以下同様) 100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、酢酸7.93重量部、及びノニオン系界面活性剤 (ノニオンO-6、HLB13.5、日本油脂 (株) 製) 7.80重量部を混合し、90℃で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0050】実施例3

ヘキシルトリメトキシシラン (40重量部) とデシルトリメトキシシラン (60重量部) との混合物100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン100重量部、酢酸39.65重量部、及びノニオン系界面活性剤 (ノニオンLT-221、HLB16.7、日本油脂 (株) 製) 12.50重量部を混合し、室温下 (25℃) で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0051】実施例4

ヘキシルトリメトキシシラン (60重量部) とヘキシルトリメトキシシランオリゴマー (40重量部) との混合物100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、酢酸7.93重量部、及びノニオン系界面活性剤 (サーフィノール485、HLB14~17、エアプロダクツ・アンド・ケミカルス製) 7.80重量部を混合し、60℃で9時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0052】実施例5

ヘキシルトリメトキシシラン60重量部とヘキシルトリエトキシシラン (KBE-3063、信越化学工業 (株) 製、以下同様) 40重量部との混合物100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン75重量部、酢酸47.58重量部、及びノニオン系界面活性剤 (シルウェットL-7604、HLB13、日本ユニカ (株) 製) 10.60重量部を混合し、90℃で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0053】実施例6

オクチルトリエトキシシラン (LS-5580、信越化学工業 (株) 製) 100重量部、アミノ基含有ポリシロ

キサン50重量部、酢酸31.72重量部、ノニオン系界面活性剤 (エマレックス703、HLB6、日本エマルジョン (株) 製) 8.75重量部、及びヘキシルアルコール8.75重量部を混合し、90℃で9時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0054】実施例7

ヘキシルトリメトキシシラン100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、酢酸7.93重量部、及びノニオン系界面活性剤 (ノニオンOP-85R、ソルビタンエステル型、HLB1.8、日本油脂 (株) 製) 3.90重量部を混合し、90℃で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0055】実施例8

デシルトリメトキシシラン100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、酢酸7.93重量部、及びカチオン系界面活性剤 (ナイミーンT₂-210、日本油脂 (株) 製) 7.80重量部を混合し、室温下 (25℃) で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0056】比較例1

ヘキシルトリメトキシシラン100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、及び酢酸7.93重量部を混合し、90℃で3時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0057】比較例2

ヘキシルトリメトキシシラン60重量部とヘキシルトリエトキシシラン40重量部との混合物100重量部、アミノ基含有ポリシロキサン50重量部、及び酢酸31.72重量部を混合し、90℃で6時間攪拌し、透明溶液を得た。

【0058】比較例3

ヘキシルトリエトキシシラン100重量部及びノニオン系界面活性剤 (シルウェットL-7604、HLB13、日本ユニカ (株) 製) 7.80重量部をウルトラデスパーサーにて混合攪拌し、10%の濃度となるよう純水を徐々に添加してエマルジョン溶液を得た。

【0059】以上の実施例1~8及び比較例1~2で得られた溶液を純水で1:9 (10倍) に希釈し、各種の性能試験に供した。また、比較例3で得られたエマルジョンは、そのまま試験に供した。

【0060】以下、試験方法について示す。

【0061】(a) 吸液性試験 (含浸の速さ)

JIS-A6910に準じた透水試験器をJISモルタル (JIS-R5201に準じたもの) に設置し、前記希釈エマルジョンを透水試験器に注ぎ、JISモルタルに吸液されるエマルジョンの液量を目盛で読み、吸液量を算出した (ml/m²、15分間)。

【0062】(b) 表面状態

JIS-R5201に準じたJISモルタルを供試体として使用し、これに前記希釈エマルジョンを200g/m²塗布し、30℃、湿度65%RHの恒温恒湿器内で1週間養生した後、表面を目視にて観察した。含浸せず

10

20

30

40

50

に表面で硬化すると濡れ色を呈する。評価基準は次の通りである。

○：濡れ色なし、△：淡い濡れ色を呈する、×：濃い濡れ色を呈する。

【0063】(c) エマルジョンの安定性

希釈エマルジョンの保存安定性を評価するため、水希釈当日、1日後、及び7日後に上記の(a)、(b)両試験を行ない、比較した。なお、調製後の希釈エマルジョンは20℃インキュベータ内で保存した。

【0064】(d) 浸透深さ

上記(b)試験と同様にして塗布養生した供試体を2つ*

*に切断(縦断)し、切断面に水をかけてエマルジョン硬化層を見易くし、表面からの浸透深さを測定した。

【0065】(e) 吸水防止性(JIS-A1404に準拠)

上記(b)試験と同様にして塗布養生した供試体(7cm×7cm)を、塗布面を下にして水に浸漬(浸漬深さ10mm)し、24時間後に取出し、余剰水を乾いた布で拭き取った後に重量測定を行なった。下式により、吸水量及び吸水比を求めた。

【0066】

【数1】

$$\text{吸水量} = \text{水浸漬後の重量 (g)} - \text{水浸漬前の重量 (g)}$$

$$\text{吸水比} = \frac{\text{塗布供試体の水浸漬後の重量 (g)} - \text{水浸漬前の重量 (g)}}{\text{無塗布供試体の水浸漬後の重量 (g)} - \text{水浸漬前の重量 (g)}}$$

【0067】(f) 撥水性

JISモルタルを供試体として使用し、これに前記希釈エマルジョンを200g/m²塗布し、30℃、湿度65%RHの恒温恒湿器内で1日間及び7日間養生した後、塗布面に0.5ccの水滴を落とし、状態観察を行なった。評価基準は次の通りである。

○：接触角大(撥水性良好)、△：接触角中、×：水滴がなくなる(吸水される)。

【0068】各試験の結果を表1、表2に示す。

【0069】

【表1】

	吸液量 (ml/㎡、15分間)				表 面 状 態			浸透深さ (mm)	吸水量 (g) (吸水比)	撥 水 性	
	希 釈 当 日	1日後	7日後	希 釈 当 日	1日後	7日後	1日後			7日後	
実施例1	375	362	287	○	○	○	0.95	0.51 (0.03)	○	○	
実施例2	360	349	281	○	○	○	0.90	0.59 (0.04)	○	○	
実施例3	365	354	280	○	○	○	0.88	0.61 (0.04)	○	○	
実施例4	356	340	278	○	○	○	0.81	0.70 (0.05)	○	○	
実施例5	350	334	270	○	○	○	0.89	0.60 (0.04)	○	○	
実施例6	362	350	284	○	○	○	0.90	0.58 (0.04)	○	○	

【0070】

【表2】

	吸水量 (g) (吸水比)	浸透深さ (mm)	表面状態			吸液量 (ml/㎡、15分間)			水性	
			希釈	1日後	7日後	希釈	1日後	7日後	1日後	7日後
実施例7	0.59 (0.04)	0.78	○	○	△	307	298	240	○	○
実施例8	0.72 (0.05)	0.91	○	○	○	362	347	281	○	○
比較例1	1.19 (0.08)	0.48	△	×	×	190	115	40	○	○
比較例2	1.00 (0.07)	0.54	△	×	×	170	104	35	○	○
比較例3	0.80 (0.05)	0.70	○	○	○	340	330	330	×	△

【0071】

【発明の効果】本発明の吸水防止剤組成物は、水で希釈する際に架橋反応が適度に制御され、水系エマルジョン状態での保存安定性に優れており、多孔性材料への含浸性にも優れている。

* 40

* 【0072】本発明の吸水防止剤組成物を水で希釈して、多孔性材料に塗布して含浸させ、乾燥すると、材料の表面に塗り斑が生じないで、優れた撥水効果（吸水防止効果）を発揮する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵
C08K 5/54
C09K 3/18
D06M 15/643
// C08L 83:04

識別記号
104
片内整理番号
8318-4H
8319-4J

F I

技術表示箇所

(72)発明者 橋本 直幸

兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精
化株式会社第2研究所内